

12KA7B

C06 323/coH

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

MINISTÈRE DE L'INDUSTRIE

SERVICE

de la PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

## BREVET D'INVENTION

P.V. n° 963.373

N° 1.426.886

Classification internationale :

C 01 c

BE 659 035

LU 47 909

Procédé de préparation de nitrate d'ammonium en granules perfectionnés et produits ainsi obtenus.

Société dite : SOCIÉTÉ ANONYME D'EXPLOSIFS ET DE PRODUITS CHIMIQUES  
et M. ROGER MAX KALTENBACH résidant en France (Seine).

Demandé le 11 février 1964, à 16<sup>h</sup> 15<sup>m</sup>, à Paris.

Délivré par arrêté du 27 décembre 1965.

(Bulletin officiel de la Propriété industrielle, n° 6 de 1966.)

(Brevet d'invention dont la délivrance a été ajournée en exécution de l'article 11, § 7,  
de la loi du 5 juillet 1844 modifiée par la loi du 7 avril 1902.)

La présente invention a pour objet un procédé de préparation de nitrate d'ammonium se présentant sous forme de granules doués de propriétés améliorées, notamment pour ce qui concerne la sphéricité, la densité apparente et l'adsorption de liquides. L'invention concerne également à titre de produits industriels nouveaux, les granules de nitrate d'ammonium susceptibles d'être obtenus par un tel procédé, ainsi que les produits fabriqués en mettant en œuvre de tels granules, et en particulier des mélanges explosifs.

Le brevet français n° 1.156.393 déposé le 17 juillet 1956 pour : « Perfectionnements aux explosifs » décrit un procédé de fabrication d'un mélange explosif, susceptible d'exploser par amorçage, même dans des conditions de non confinement, ledit procédé consistant à introduire une quantité allant de 3 à 12 %, de préférence de 4 à 8 %, d'un liquide ou fluide combustible tel que de l'essence, du fuel, du gas-oil ou autres hydrocarbures analogues dans du nitrate d'ammonium granulé.

Le certificat d'addition n° 73.386, du 8 mars 1958, au brevet français n° 1.156.393 précité concerne des perfectionnements au mélange explosif susmentionné, qui consistent essentiellement à mettre en œuvre du nitrate d'ammonium de forme physique déterminée, possédant un pouvoir d'adsorption des liquides ou hydrocarbures très élevé, qui, pour le fuel, est au moins égal à 3 %. Les meilleurs résultats sont obtenus avec un nitrate d'ammonium expansé, que l'on nomme parfois de façon imagée « mousse de nitrate », dont la densité apparente est comprise entre 0,1 et 0,9.

La présente invention concerne, entre autres, la préparation de nitrate d'ammonium expansé amélioré qui est particulièrement adapté à être utilisé

comme constituant des mélanges explosifs du type ci-dessus rappelé.

On sait que l'on fabrique généralement le nitrate d'ammonium granulé en faisant passer du nitrate d'ammonium dans un dispositif de granulation ou en pulvérisant, au sommet d'une tour de dimensions appropriées, une solution aqueuse de nitrate dont la concentration est en pratique supérieure à 94 %.

Lorsque l'on utilise des solutions dont la concentration est inférieure à 99 %, on obtient au bas de la tour de granulation un produit contenant de 1 à 4 % environ d'humidité qui doit être séché par les moyens habituels avec de l'air chaud, soit dans des tambours rotatifs, soit dans les appareils du type à lits fluidisés. Après séchage, le produit est refroidi dans des installations usuelles connues. Les granules de nitrate ainsi obtenus ne sont pas parfaitement sphériques et leurs caractéristiques dépendent dans une large mesure des conditions dans lesquelles s'opèrent le séchage et le refroidissement. En général, on obtient des granules dont la densité apparente est comprise entre 0,8 et 1, et l'adsorption de fuel ou autre hydrocarbure est de l'ordre de 5 à 8 %.

Lorsque l'on pulvérise au sommet de la tour des solutions ayant une concentration supérieure à 99 %, on obtient au bas de la tour des granules bien sphériques, qui contiennent 0,2 à 0,5 % environ d'humidité et qu'il est donc inutile de sécher. Seul un refroidissement des granules est alors nécessaire. Toutefois, si les granules ainsi obtenus possèdent un aspect favorable, leur densité apparente reste relativement élevée, et l'adsorption de fuel est inférieure à 5 % environ.

On constate donc dans la majorité des cas, que

66 2191 0 73 092 3

Prix du fascicule : 2 francs

1231004

201 p. rev

les granules de nitrate d'ammonium obtenus par la technique connue, notamment par pulvérisation dans une tour de solutions concentrées de nitrate, ne conviennent pas parfaitement à la fabrication des mélanges explosifs du type précité. Ainsi, pour porter à l'explosion de tels mélanges, on doit la plupart du temps faire appel à des charges auxiliaires d'explosifs classiques.

L'invention élimine les inconvénients et fournit des granules qui sont doués de propriétés améliorées, et sont en particulier utilisables directement dans des mélanges explosifs. Le procédé selon l'invention consiste fondamentalement à augmenter la teneur en humidité des produits contenant du nitrate d'ammonium pendant ou après la mise en œuvre de la technique connue de granulation ou de pulvérisation dans une tour, la teneur globale en eau du produit après réhumidification restant de préférence inférieure à 5 % environ, et à sécher ensuite les granules ainsi obtenus dans des installations de séchage usuelles, notamment en lit fluidisé.

On peut réaliser la réhumidification selon l'invention à un stade quelconque des procédés connus pour l'obtention de nitrate d'ammonium. Par exemple, l'humidité additionnelle peut être conférée au produit au niveau des buses de pulvérisation, c'est-à-dire sur la solution liquide contenant le nitrate d'ammonium avant cristallisation. On peut également réhumidifier directement les granules obtenus au bas de la tour de pulvérisation ou dans un autre dispositif granulatur connu. Il est aussi possible de fournir la teneur additionnelle en humidité prévue par l'invention aux granules se trouvant en un point quelconque du cycle de séchage ou de refroidissement des installations connues pour la fabrication de nitrate d'ammonium.

Pratiquement, on peut opérer la réhumidification selon l'invention par exemple soit en pulvérisant finement la solution de réhumidification à l'intérieur d'un transporteur à secousses de type connu ou d'un « trommel » de type connu, soit à l'aspiration d'un ventilateur soufflant sous une table de fluidisation.

Selon une forme de mise en œuvre particulièrement avantageuse du procédé de l'invention, l'eau servant à la réhumidification des produits à base de nitrate d'ammonium contient des agents mouillants ou tensio-actifs, tels par exemple que les alkyl aryl sulfonates, lauryl-sulfates, ou autres. La quantité de tels agents ne dépasse pas en général 10 à 15 % en poids par rapport à la solution aqueuse mise en œuvre pour la réhumidification. Dans le cas où les granules de nitrate d'ammonium préparés selon l'invention sont destinés à la fabrication de mélanges explosifs, la quantité d'agents tensio-actifs contenus dans l'eau destinée à la réhumidification est telle que la teneur en matières organiques du produit fini ne dépasse pas 0,4 % ainsi que le prévoit

la législation internationale relative au transport de tels produits.

Le séchage et/ou le refroidissement des granules de nitrate d'ammonium réhumidifiés selon l'invention est opéré de préférence dans des installations à lit fluidisé, où le fluide de séchage est de l'air dont la température reste inférieure à 140° environ.

Dans tous les cas, les granules de nitrate d'ammonium susceptibles d'être obtenus par le procédé selon l'invention se présentent sous une forme sphérique et particulièrement allégée, et sont doués d'un pouvoir élevé d'adsorption des hydrocarbures. Pour le fuel, ce pouvoir est dans tous les cas supérieur à 8 % et dépasse souvent 10 %. Quant à la densité apparente avant tassement du nitrate d'ammonium selon l'invention, elle est le plus souvent de l'ordre de 0,5 à 0,8.

Lorsqu'on met en œuvre des agents tensio-actifs dans l'eau utilisée pour la réhumidification, on obtient du nitrate d'ammonium granulé et allégé qui confère aux mélanges explosifs où il est incorporé des qualités d'explosibilité sensiblement supérieures.

Par adsorption, on entend dans la présente description l'adsorption dans un sens général, c'est-à-dire en y comprenant la condensation capillaire.

On a illustré l'invention, sans la limiter, par les exemples ci-après, qui mettent également en évidence les propriétés particulièrement avantageuses des granules de nitrate d'ammonium ainsi obtenus.

*Exemple 1.* — On a pulvérisé au sommet d'une tour une solution aqueuse à 99,6 % de nitrate d'ammonium et l'on a obtenu au bas de la tour des granules qui, après tassement, possédaient une densité apparente de 0,9 et un taux d'humidité résiduelle de 0,3 % et un taux d'adsorption du fuel égal à 4,6 %.

On a procédé selon l'invention à une réhumidification de ces granules, la teneur en eau finale étant de 2 % environ, et l'on a ensuite séché rapidement à 115° les granules en lit fluidisé dans une installation convenable. On a ainsi préparé des granules de nitrate d'ammonium sphériques, ayant une densité apparente avant tassement de 0,75 et dont le pouvoir d'adsorption de fuel était égal à 8,2 %.

*Exemple 2.* — On a pulvérisé au sommet d'une tour une solution aqueuse à 96 % de nitrate d'ammonium. Les granules tombant au bas de la tour ont été ensuite introduits de façon connue dans une installation de préséchage, d'où ils sont sortis avec un taux d'humidité égal à 1,2 % environ.

On a, conformément à l'invention, augmenté la teneur en humidité de ces granules, jusqu'à 2 % environ, puis on a procédé consécutivement à leur séchage et à leur refroidissement. On a ainsi obtenu des granules secs de nitrate d'ammonium ayant une densité apparente de 0,65 avec un pouvoir d'adsorption de fuel de 10 % environ.

*Exemple 3.* — On a opéré comme à l'exemple 1, mais la solution de réhumidification contenait 10 % de lauryl sulfate à titre d'agent tensio-actif. Les granules de nitrate d'ammonium obtenus après séchage et refroidissement possédaient les caractéristiques suivantes :

Densité apparente, 0.75;

Pouvoir d'adsorption de fuel 9,7.

L'utilisation de ces granules mélangés à 5 % de fuel, a permis de faire exploser des cartouches de diamètres 35 et 40 mm, amorcées uniquement avec un détonateur ordinaire n° 8.

L'invention n'est pas limitée aux exemples de mise en œuvre donnés ci-dessus à titre illustratif. En particulier, la réhumidification des produits à base de nitrate d'ammonium fabriqués selon un procédé connu, peut conformément à l'invention, être opérée à n'importe quel stade dudit procédé.

#### RÉSUMÉ

L'invention a pour objet :

1° Un procédé de préparation de nitrate d'ammonium en granules doués de propriétés améliorées, consistant fondamentalement à augmenter la teneur en humidité du nitrate d'ammonium pendant ou après la mise en œuvre de la technique connue de granulation ou de pulvérisation dans une tour, puis à sécher les granules ainsi obtenus dans des installations de séchage usuelles, notamment en lit fluidisé;

2° Dans un tel procédé, les caractéristiques complémentaires suivantes prises isolément ou dans toutes leurs combinaisons techniquement possibles:

a. La teneur globale en eau du produit après réhumidification reste de préférence inférieure à 5 % environ;

b. L'humidité additionnelle est conférée au produit au niveau des buses de pulvérisation, c'est-à-dire sur la solution liquide contenant le nitrate d'ammonium avant cristallisation;

c. On réhumidifie directement les granules obtenus au bas de la tour de pulvérisation ou dans un autre dispositif granulateur connu;

d. On fournit la teneur additionnelle en humidité aux granules se trouvant en un point quelconque du cycle de séchage ou de refroidissement des installations connues pour la fabrication de nitrate d'ammonium;

e. L'eau servant à la réhumidification des produits à base de nitrate d'ammonium contient des agents mouillants ou tensio-actifs, tels que les alkyl aryl sulfonates, lauryl sulfates;

f. La quantité d'agent tensio-actif ne dépasse pas environ 10 à 15 % en poids par rapport à la solution aqueuse de réhumidification;

g. On ajoute l'agent tensio-actif à l'eau de réhumidification en quantité telle que la teneur en matières organiques du produit fini ne dépasse pas 0,4 %;

h. Les granules sont après réhumidification, séchés en lit fluidisé avec de l'air chaud à une température inférieure à 140°;

3° A titre de produits industriels nouveaux, les granules de nitrate d'ammonium susceptibles d'être obtenus par le procédé selon 1° et 2°, et caractérisés, entre autres, par une forme sphérique, lesdits granules étant allégés et doués d'un pouvoir élevé d'adsorption des hydrocarbures, pour le fuel, ce pouvoir pouvant être supérieur à 10 %;

4° A titre de produits industriels nouveaux, les mélanges explosifs comprenant les granules de nitrate d'ammonium selon 3°, notamment avec des hydrocarbures combustibles.

Société dite :

SOCIÉTÉ ANONYME D'EXPLOSIFS  
ET DE PRODUITS CHIMIQUES  
et M. ROGER MAX KALTENBACH

Par procuration :

HARLÉ & LÉCHOPIEZ